

DERWENT-ACC-NO: 1987-075389

DERWENT-WEEK: 198711

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Producing fused glass for optical  
fibre - by press-shaping and sintering fine  
glass particles

PATENT-ASSIGNEE: SUMITOMO ELECTRIC IND CO [SUME]

PRIORITY-DATA: 1985JP-0163884 (July 26, 1985)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PAGES	PUB-DATE	MAIN-IPC	
LANGUAGE				
JP 62027341 A	003	February 5, 1987		N/A
JP 94062308 B2	003	August 17, 1994	C03B 020/00	N/A

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DATE	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO
JP 62027341A	N/A		
1985JP-0163884		July 26, 1985	
JP 94062308B2	N/A		
1985JP-0163884		July 26, 1985	
JP 94062308B2	N/A	Based on	JP 62027341

INT-CL (IPC): C03B008/04, C03B019/06, C03B020/00,  
C03B037/01,  
C03B037/012, G02B006/00

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 62027341A

BASIC-ABSTRACT:

Glass obtd. by the vapour phase oxidn. is used as the fine glass particles. It is thoroughly heat-dried at temp. of 100 deg.C to sintering-initiating temp.,

at which neck growth starts, before press-shaping.

USE/ADVANTAGE - Core material is used for optical fibre due to its purity and uniformity.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

TITLE-TERMS: PRODUCE FUSE GLASS OPTICAL FIBRE PRESS SHAPE  
SINTER FINE GLASS  
PARTICLE

DERWENT-CLASS: L01 P81 V07

CPI-CODES: L01-F03F2;

EPI-CODES: V07-F01A3;

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1987-031280  
Non-CPI Secondary Accession Numbers: N1987-056895

## ⑪ 公開特許公報 (A) 昭62-27341

⑤Int.Cl.<sup>1</sup>  
C 03 B 37/012  
19/06  
// G 02 B 6/00

識別記号 庁内整理番号  
Z-8216-4G  
7344-4G  
S-7370-2H 審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑥発明の名称 溶融ガラスの製造方法

⑦特願 昭60-163884  
⑧出願 昭60(1985)7月26日

⑨発明者 田中 豪太郎 横浜市戸塚区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内  
⑩発明者 水谷 太 横浜市戸塚区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内  
⑪発明者 石黒 洋一 横浜市戸塚区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内  
⑫出願人 住友電気工業株式会社 大阪市東区北浜5丁目15番地  
⑬代理人 弁理士 内田 明 外2名

## 明細書

## 1. 発明の名称

溶融ガラスの製造方法

## 2. 特許請求の範囲

微粒子状ガラスを加圧成形後焼結することにより溶融ガラス体を得る方法において、該微粒子状ガラスとして気相酸化反応により得られるガラスを用い、かつ該微粒子状ガラスを加圧成形する前に予め、100℃以上かつネット成長の始まる焼結開始温度以下で十分加熱乾燥することを特徴とする溶融ガラス体の製造方法。

## 3. 発明の詳細を説明

## 〔産業上の利用分野〕

本発明は溶融ガラスの製造方法に関するもので、特に詳しくは光ファイバ等に用い得る高純度で均質度の高い溶融ガラス成形体の製造方法に関するもの。

## 〔従来の技術〕

従来、特開昭52-156640、53-48536各号公報等に提案されるガラスの製造

方法として、気相化学反応等により得た微粒子状ガラスを、一旦プレス等により加圧成形しておいてから、これを焼結して溶融ガラス体を得る方法がある。

## 〔発明が解決しようとする問題点〕

ところが、上記各号公報に記載される従来法を詳細に検討したところ、出発ガラスの粒子径が大きいと、焼結後アワが残留し易く、また均質度が劣るという問題点があつた。一方、この出発ガラスの粒子径が小さいと加圧成形体にヒビ割れが発生し易く、良好な成形体を得ることが難しかつた。

本発明は以上の様な欠点のないガラス成形体の製造方法を提供することを目的とする。

## 〔問題点を解決するための手段〕

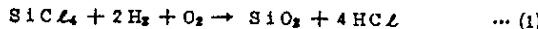
本発明は微粒子状ガラスを加圧成形後焼結することにより溶融ガラス体を得る方法において、該微粒子状ガラスとして気相酸化反応により得られるガラスを用い、かつ該微粒子状ガラスを加圧成形する前に予め、100℃以上かつネット成長の始まる焼結開始温度以下で十分加熱乾燥することを特徴とする溶融ガラス体の製造方法である。

ク成長の始まる焼結開始温度以下で十分加熱乾燥することを特徴とする溶融ガラス体の製造方法により、上記目的を達成するものである。

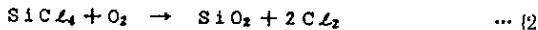
以下本発明をその理論から詳細に説明する。

気相酸化反応で得られるスートとしては、例えば  $SiCl_4$  等のハロゲン化物を酸素炎中あるいはプラズマ炎中に導入して、下記(1)式あるいは(2)式のように反応して得られる、  $SiO_2$  粒子を用いることができる。

酸素炎の場合



プラズマ炎の場合



ところでガラス成形体の焼結による収縮率は、下記(3)式に示されるように、その粒子径に大きく依存している。

$$\frac{\Delta L}{L} = k \cdot \frac{r}{d\eta} \cdot t \quad \dots (3)$$

ここで  $\frac{\Delta L}{L}$  : 収縮率  $\left[ \frac{\text{ガラス粒子成形体代表長さに}}{\text{対する該成形体の変化量(収縮長さ)}} \right]$   $\Delta L$  の比

対したところ、気相反応で得られるスートは粒径が小さく、このため比表面積が大きくなつておらず、  $H_2O$  など反応時の界面ガスの吸着量が多く、この吸着ガスが加圧後圧力の解放される時に成形体をひび割れさせることを知つた。

また、この対策として、加圧成形前のスートを十分に乾燥しておくとこのひび割れが防げることがわかつた。この乾燥条件としては、温度  $100^{\circ}C$  以上で、かつ粒子のネット成長(所定時間の加熱後、粒子の接している箇所において、物質の移動が起り、焼結しはじめる状態)の始まるまでの温度条件下で行うのが好ましい。

$100^{\circ}C$  以下であれば、主たる吸着物質の  $H_2O$  がとれず、またネット成長の生じる条件下で乾燥させると、後工程の加圧成形時に均一な成形体を得ることが難かしくなるからである。

なお、ネット成長の始まる温度は、例えば約  $0.1 \mu m$  径の  $SiO_2$  スートの場合には、  $900^{\circ}C$  程度である。この温度の目安としては、気相反応で得られるようなガラス粒子の場合には、そ

$k$  : 比例定数

$d$  : 粒子径

$\eta$  : 粘性係数

$r$  : 表面エネルギー

$t$  : 時間

そしてガラス成形体の焼結速度は下記(4)式で示される。

$$\text{焼結速度} = \frac{d}{dt} (\text{収縮率}) = k \cdot \frac{r}{d\eta} \quad \dots (4)$$

つまり、粒子径が小さくなる程収縮は早く生じ、よつて焼結速度が速くなり、より低温・短時間で焼結・溶融化が完了し、透明ガラス体が得られ易い。気相反応で微粒子ガラスを合成すると、通常粒径が  $1 \mu m$  以下の極めて粒径の小さな又高純度な材料が得られる。即ち、気相反応による微粒子状ガラスを焼結すれば、純度が極めて高く、またアワの少ないガラス体が得られるが、スートの加圧成形時にひび割れが発生するという欠点があつた。

本発明者らは、この原因及び解決策を試意検

の粘性値  $\eta$  で代表することができ、  $\eta = 10^{15}$  程度となる温度である。

また、乾燥する界面ガスとしては、  $Ar$ ,  $He$ ,  $N_2$  のような不活性ガス界面ガス、又は  $O_2$  のようなガラスと反応しない、もしくはガラスに吸着しないガス界面ガスにて行うことが好ましい。さらにまた、減圧下でも乾燥することができる。

#### 〔実施例〕

#### 実施例1

酸素バーナ中へ  $SiCl_4$  を導入することにより得られた粒径  $0.1 \sim 0.01 \mu m$  の  $SiO_2$  スートを、温度  $250^{\circ}C$  のオーブンの中に3時間保持した。この時乾燥  $N_2$  を  $1 L/min$  の割合で流した。このスートを円筒状のゴム製容器に流しこみ、該ゴム容器内を減圧、密封した後、静圧成形装置で  $300$  気圧かけて成形したところ、ひび割れのない成形体が得られた。この成形体を熱処理炉に入れ、  $He$  及び  $Cl_2$  ガス界面ガス下にて脱水処理を行なつた後、温度  $1600^{\circ}C$  にて溶融ガラス化を行つた。

得られた溶融ガラス体は完全に透明なガラスであり、また殆んどアワがなかつた。このガラスをコア材料としてプラスチッククラッドファイバを作成したところ、 $0.8 \mu m$  波長で伝送損失は $1.0 \text{ dB/km}$  という良好な特性であり、このガラスが光ファイバ用材料として用いうることが判つた。

## 比較例 1

実施例 1 と同様の  $\text{SiO}_2$  スートを加熱乾燥することなく、その他の条件は実施例 1 と同様の条件下で加圧成形したところ、成形体には多数のひび割れが生じておひり、また、外力を加えると多くの小さな破片に分かれた。

## 比較例 2

市販品として入手できる 400 メッシュ (粒径約 $6.4 \mu m$ ) の  $\text{SiO}_2$  粉末を加熱乾燥することなく、その他の条件は実施例 1 と同様の条件下で加圧成形したところ良好な成形体が得られた。これを実施例 1 と同様な操作で溶融ガラス化を行つたが完全に透明なガラス体とはならず、又、

目視でわかる気泡が散在していた。

## 〔発明の効果〕

本発明によると極めて高純度で均質度の高い溶融ガラスを、生産性よく得ることができる。

代理人 内田 明  
代理人 斎原 広一  
代理人 安西 篤夫